

10/500994

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2003 年 7 月 17 日 (17.07.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/057929 A1(51) 国際特許分類⁷: C21D 8/12

(21) 国際出願番号: PCT/JP03/00043

(22) 国際出願日: 2003 年 1 月 7 日 (07.01.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2002-001604 2002 年 1 月 8 日 (08.01.2002) JP
特願2002-275777 2002 年 9 月 20 日 (20.09.2002) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 新日本製鐵株式会社 (NIPPON STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒100-8071 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 牛神 義行 (USHIGAMI, Yoshiyuki) [JP/JP]; 〒293-8511 千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 中村 修一 (NAKAMURA, Shuichi)

[JP/JP]; 〒293-8511 千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 藤井 浩康 (FUJII, Hiroyasu) [JP/JP]; 〒804-8501 福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新日本製鐵株式会社 八幡製鐵所内 Fukuoka (JP). 村上 健一 (MURAKAMI, Kenichi) [JP/JP]; 〒100-8071 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新日本製鐵株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 石田 敬, 外 (ISHIDA, Takashi et al.); 〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37 森ビル 青和特許法律事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR).

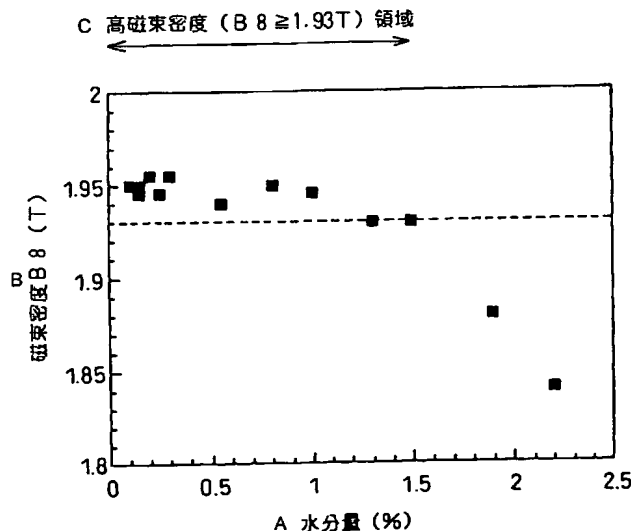
添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GRAIN-ORIENTED SILICON STEEL PLATE WITH MIRROR SURFACE

(54) 発明の名称: 鏡面方向性珪素鋼板の製造方法



A...WATER CONTENT (%)
 B...MAGNETIC FLUX DENSITY B_8 (T)
 C...HIGH MAGNETIC FLUX DENSITY ($B_8 \geq 1.93T$) REGION

(57) Abstract: A method for producing a grain-oriented silicon steel plate with a mirror surface wherein a separation agent for annealing containing alumina as a main component is applied in the form of a water slurry, characterized in that the content of bound water in the separation agent for annealing after drying is 1.5 % or less, and the partial pressure of steam in an atmosphere, wherein finish annealing is performed, is controlled, to stabilize secondary recrystallization. The method allows the prohibition of variations (instability) in secondary recrystallization caused by reactions of inhibitors in an interface, which leads to the stabilization of magnetic characteristics.

[続葉有]

WO 03/057929 A1



(57) 要約:

焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布乾燥した後における持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの水蒸気分圧を制御し、界面でのインヒビター反応に起因する二次再結晶のバラツキ（不安定化）を無くし、磁気特性を安定化する。

明 細 書

鏡面方向性珪素鋼板の製造方法

〔技術分野〕

本発明は、主として変圧器その他の電気機器等の鉄心として利用される方向性珪素鋼板の製造方法に関するものである。特に、その表面を効果的に仕上げることにより、鉄損特性の向上を図ろうとするものである。

〔背景技術〕

方向性珪素鋼板は、磁気鉄心として多くの電気機器に用いられている。方向性珪素鋼板は、Siを0.8～4.8%含有し、製品の結晶粒の方位を $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位に高度に集積させた鋼板である。その磁気特性として、磁束密度が高く（B8値で代表される）、鉄損が低い（W17/50値で代表される）ことが要求される。特に、最近では、省エネルギーの見地から電力損失の低減に対する要求が高まっている。

この要求にこたえ、方向性珪素鋼板の鉄損を低減させる手段として、磁区を細分化する技術が開発された。

例えば、特開昭58-26405号公報には、積み鉄心の場合、仕上げ焼鈍後の鋼板にレーザービームを照射して局所的な微少歪を与えることにより磁区を細分化して、鉄損を低減させる方法が開示されている。

しかしながら、これらの磁区の動きを観察すると、鋼板表面のガラス皮膜の凹凸によりピン止めされ、動かない磁区も存在していることが分かった。従って、方向性電磁鋼板の鉄損値を更に低減させ

るためには、磁区細分化と合わせて、磁区の動きを阻害する鋼板表面のガラス皮膜の凹凸によるピン止め効果をなくすることが重要であると考えられる。

そのためには、磁区の動きを阻害する鋼板表面のガラス皮膜を形成させないことが有効と考えられ、その手段として、焼鈍分離剤として粗大高純アルミナを用いることによりガラス皮膜を形成させない方法が、例えば、米国特許第3785882号明細書に開示されている。しかしながら、この方法では表面直下の介在物をなくすることができず、その介在物によるピニング効果のため、鉄損の向上代はW15/60で高々2%に過ぎない。

この表面直下の介在物を制御し、かつ、表面の平滑化（鏡面化）を達成する方法として、仕上げ焼鈍後に化学研磨或いは電解研磨を行う方法が、例えば、特開昭64-83620号公報に開示されている。しかしながら、化学研磨・電解研磨等の方法は、研究室レベルでの少試料の材料を加工することは可能であるが、工業的規模で行うには、薬液の濃度管理、温度管理、公害設備の付与等の点で大きな問題があり、いまだ実用化されるに至っていない。

本発明者等は、上記課題を解決するために種々の実験を行い、その結果、脱炭焼鈍の露点を制御し、脱炭焼鈍時に形成される酸化層においてFe系酸化物（ Fe_2SiO_4 、 FeO 等）を形成させないことが、表面の介在物を消去することに有効であることを見いだした（特開平7-118749号公報参照）。

このような酸化層を形成させた脱炭焼鈍板に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布するか、もしくは、静電塗布法等によりドライ・コートすることにより、仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状に仕上げ、鉄損を大きく低下させることができる。

〔発明の開示〕

焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する方法は、静電塗布法等によりドライ・コートする方法に比べて、簡単な設備で実施することが可能である。しかしながら、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布する方法において、場合によっては、二次再結晶が不安定になることが分かった。

本発明の目的は、二次再結晶の不安定化の原因を解明して二次再結晶を安定して行う方法を提示することである。

本発明者等は、上記課題を解決するために種々の実験を行い、その結果、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分、及び、仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより、二次再結晶を安定化させることができることを見いだした。

ここで、仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧制御とは、より具体的には、仕上げ焼鈍雰囲気の水素を含有する場合は、酸化度 (P_{H_2O}/P_{H_2}) を 0.0001 以上 0.2 以下とし、仕上げ焼鈍雰囲気が水素を含有しない不活性ガスの場合は、露点を 0℃ 以下とすることを意味するものである。

なお、ここで、持ち込み水分とは焼鈍分離剤中に水と水分、結晶水等の形態で持ち込まれた水分を意味するものである。これらの形態で焼鈍分離剤中に持ち込まれた水分は、1000℃まで焼鈍すると、ほぼ分解して消失するので、持ち込み水分量は、実用上、塗布・乾燥してから1000℃に焼鈍した後の質量減量として測定される。

以下、詳細に説明する。

本発明者等は、特開平7-118749号公報に開示した方法で作製した脱炭焼鈍板を用いても二次再結晶挙動が変動する原因を鋭

意検討した。その結果、水スラリー状で塗布したアルミナを主体とした焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量と、仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの酸化度によって二次再結晶挙動に大きな差が生じることを突き止めた。

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性Al : 0.028%、N : 0.008%の珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、板厚2.0mmに熱延した。この熱延板を1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。この冷延板を、雰囲気ガスの酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) : 0.01の湿潤ガス中で、830℃で脱炭焼鈍した。

その後、各種アルミナを0~50℃の水に混入して攪拌し、スラリー状にして試料に塗布乾燥した。塗布乾燥したアルミナの一部を採取して1000℃まで加熱して、その質量減量から水分量を測定した。

これらの試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) : 0.00016の窒素-水素混合ガス雰囲気中で、10℃/hrで1200℃まで加熱し、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) : 0.000039の水素ガスに切り替え、1200℃で5時間焼鈍した。

焼鈍後の磁束密度(B8)を図1に示す。図1から、塗布乾燥後の水分量が1.5%を越えた場合には二次再結晶が不安定になり、焼鈍後の試料の磁束密度(B8)が低下していることが分かる。

これは、塗布乾燥後の水分量が多い場合には、この水分が焼鈍中に放出され、AlNや(Al、Si)N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。従って、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量としては、1.5%以下、好ましくは、1%以下とすればよい。

上記の結果から、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量は、仕上げ焼鈍中の鋼板表面の雰囲気ガスの酸化度を介して、二次再結晶挙動に影響を及ぼすと考えられるので、次いで、雰囲気ガスの酸化度の影響を調査した。上記脱炭板を基に、塗布乾燥後の水分量が0.5%であった焼鈍分離剤を塗布した試料を積層し、仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$)の影響を、窒素/水素割合と水蒸気分圧を変えて調査した。

図2に、焼鈍後の試料の磁束密度(B8)に及ぼす仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの酸化度の影響を示す。図2から、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$):0.0001以上、0.2以下の範囲で、二次再結晶が安定化して磁束密度(B8)が高くなることが分かる。

これは、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$):0.0001未満では、脱炭焼鈍で形成された稠密なシリカ膜が、仕上げ焼鈍中の二次再結晶完了前に還元されてしまい、鋼中窒素のガス化に起因するAlNや(A1、Si)N等のインヒビターの分解を抑制できないことが原因であると推定される。

また、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$):0.2以上では、鋼板表面の雰囲気ガスの酸化度が高いので、AlNや(A1、Si)N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。

以上は、仕上げ焼鈍雰囲気に水素が含まれる場合を示したが、水素が含まれない場合についても検討した結果、水スラリー状で塗布したアルミナを主体とした焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量と、仕上げ焼鈍中の雰囲気ガスの露点によって、二次再結晶挙動に大きな差が生じることを突き止めた。

質量%で、Si:3.3%、Mn:0.1%、C:0.06%、S:0.007%、酸可溶性Al:0.028%、N:0.008

%の珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、板厚2.0mmに熱延した。この熱延板を1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。この冷延板を、雰囲気ガスの酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$):0.01の湿潤ガス中で、830℃で脱炭焼鈍した。

その後、各種アルミナを0℃～50℃の水に混入して攪拌しスラリー状にして試料に塗布乾燥した。塗布乾燥したアルミナの一部を採取して1000℃まで加熱して、その質量減量から水分量を測定した。

これらの試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、露点-50℃の窒素ガス雰囲気中で、10℃/hrで1200℃まで加熱し、その後、露点-50℃の水素ガスに切り替え、1200℃で5時間焼鈍した。

焼鈍後の磁束密度(B8)を図3に示す。図3から、塗布乾燥後の水分量が1.5%を越えた場合には二次再結晶が不安定になり、焼鈍後の試料の磁束密度(B8)が低下していることが分かる。

これは、塗布乾燥後の水分量が多い場合には、この水分が焼鈍中に放出され、AlNや(Al, Si)N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。従って、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量としては、1.5%以下、好ましくは、1%以下とすれば良い。

上記の結果から、焼鈍分離剤の塗布乾燥後の水分量は、仕上げ焼鈍中の鋼板表面の雰囲気ガスの露点を介して、二次再結晶挙動に影響を及ぼすと考えられるので、次いで、雰囲気ガスの露点の影響を調査した。上記脱炭板を基に、塗布乾燥後の水分量が0.5%であった焼鈍分離剤を塗布した試料を積層し、仕上げ焼鈍の窒素ガスの露点の影響を調査した。

図4に焼鈍後の試料の磁束密度(B8)に及ぼす仕上げ焼鈍中の

雰囲気中の窒素ガスの露点の影響を示す。図4から、露点が0℃以下で二次再結晶が安定化して磁束密度(B₈)が高くなることが分かる。

これは、露点が0℃超では、鋼板表面の雰囲気ガスの露点が高いため、AlNや(Al, Si)N等のインヒビターの分解がAlの酸化により促進されることが原因であると推定される。

本発明は、以上の知見に基づいてなされたもので、その要旨とするところは以下のとおりである。

(1) 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8%、C : 0.003 ~ 0.1%、酸可溶性Al : 0.012 ~ 0.05%、N : 0.01%以下、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にすることを特徴とする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥後の持ち込み水分、及び、仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより二次再結晶を安定化させることを特徴とする磁束密度の高い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

(2) 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8%、C : 0.003 ~ 0.1%、酸可溶性Al : 0.012 ~ 0.05%、N : 0.01%以下、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさ

む二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(3) 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性Al : 0.012~0.05%、N : 0.01%以下、Mn : 0.03~0.15%、S : 0.01~0.05%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(4) 前記仕上げ焼鈍中の600～1100℃の温度域において、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする前記(2)または(3)に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(5) 鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03～0.15%添加することを特徴とする前記(2)、(3)または(4)に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(6) 質量%で、Si : 0.8～4.8%、C : 0.003～0.1%、酸可溶性Al : 0.012～0.05%、N : 0.01%以下、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(7) 質量%で、Si : 0.8～4.8%、C : 0.003～0.1%、酸可溶性Al : 0.012～0.05%、N : 0.01%以下、Mn : 0.03～0.15%、S : 0.01～0.05%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そ

のままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(8) 前記仕上げ焼鈍中の600～1100℃の温度域において雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする前記(6)または(7)に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

(9) 前記鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03～0.15%含有することを特徴とする前記(6)、(7)または(8)に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

〔図面の簡単な説明〕

図1は、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量と製品の磁束密度(B8)の関係を示す図である。

図2は、仕上げ焼鈍における酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$)と製品の磁束密度(B8)の関係を示す図である。

図3は、水素を含まない仕上げ焼鈍の雰囲気ガスの露点を変更した実験における持ち込み水分量と製品の磁束密度(B8)の関係を

示す図である。

図 4 は、仕上げ焼鈍雰囲気中に水素を含まない場合、その露点と製品の磁束密度 (B8) の関係を示す図である。

〔発明を実施するための最良の形態〕

以下、本発明の実施の形態について説明する。

基本的な製造法としては、磁束密度 (B8) が高い製品を製造できる小松等による (A1、Si)N を主インヒビターとして用いる低温スラブ加熱に基づく製造法 (例えば、特公昭 62-45285 号公報、参照)、または、田口・坂倉等による A1N と MnS を主インヒビターとして用いる高温スラブ加熱に基づく製造法 (例えば、特公昭 40-15644 号公報、参照) を適用すればよい。

次に、珪素鋼スラブの成分組成について説明する。なお、「%」は「質量%」を意味する。

Si は、電気抵抗を高め鉄損を下げるうえで重要な元素である。含有量が 4.8% を超えると、冷間圧延時に材料が割れ易くなり圧延不可能となる。一方、Si 量を下げると、仕上げ焼鈍時に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を生じ、結晶の方向性が損なわれるので、実質的に結晶の方向性に影響を及ぼさない 0.8% を下限とする。

酸可溶性 A1 は、N と結合して A1N または (A1、Si)N としてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなる 0.012 ~ 0.05% を限定範囲とする。

N は、製鋼時に 0.01% を超えて添加すると、ブリストーとよばれる鋼板中の空孔を生じるので、0.01% を上限とする。

Mn、S は、田口・坂倉等による高温スラブ加熱に基づく製造法では、MnS としてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなる Mn : 0.03 ~ 0.15%、及び、

S : 0.01 ~ 0.05 % を限定範囲とする。

なお、S は、小松等による (A1、Si) N を主インヒビターとして用いる低温スラブ加熱に基づく製造法では、磁気特性に悪影響を及ぼすので、0.015 % 以下とすることが望ましい。

C は、残留すると製品特性 (鉄損) の低下を引き起こすので、0.003 % 未満に抑えることが必要とされている。しかし、製鋼段階で C 量を低くすると、熱延板の結晶組織に粗大な {100} 伸長粒が存在し、二次再結晶に悪影響を及ぼす。また、析出物や一次再結晶集合組織制御の観点からも、C は、ある程度製鋼段階で添加することが必要である。

したがって、製鋼段階では 0.003 % 以上、好ましくは、 α/γ 変態が生じる 0.02 % 以上添加することが望ましい。0.1 % より多く添加しても、上述の結晶組織、析出物等への影響はほぼ飽和し、脱炭に必要な時間が長くなるので、0.1 % を上限とする。

Sn、Sb は、鋼板表面に偏析して仕上げ焼鈍中のインヒビターの分解を抑制し、磁束密度の高い製品を安定して製造することに有効な元素である。0.03 ~ 0.15 % 添加することが望ましい。0.03 % 未満ではインヒビターの分解抑制効果が少なく、実質的な磁束密度向上効果が得られない。また、0.15 % を超えると、鋼板中への窒化が難しくなり、二次再結晶が不安定になる場合が生じる。

Cr は、脱炭焼鈍の酸化層を改善しガラス被膜形成に有効な元素である。0.03 ~ 0.2 % 添加することが望ましい。その他、微量の B、Bi、Cu、Se、Pb、Ti、Mo 等を鋼中に含有することは、本発明の主旨を損なうものではない。

上記成分組成の溶鋼は、通常の工程により熱延板とされるか、もしくは、溶鋼を連続鑄造して薄帯とされる。上記熱延板または連続

鑄造薄帯は、ただちに、もしくは、短時間焼鈍を経て冷間圧延される。

上記焼鈍は $750 \sim 1200^{\circ}\text{C}$ の温度域で 30 秒～30 分間行われる。この焼鈍は、製品の磁気特性を高めるために有効である。望む製品の特性レベルとコストを勘案して採否を決めるとよい。

冷間圧延は、基本的には、特公昭 40-15644 号公報に開示されているように、最終冷延圧下率 80% 以上の冷間圧延とすればよい。

冷間圧延後の材料は、鋼中に含まれる炭素を除去するために、湿水素雰囲気中で、脱炭焼鈍される。

この脱炭焼鈍においては、Fe 系の酸化物 (Fe_2SiO_4 、 FeO 等の低級酸化物) を形成させない低い酸化度で焼鈍を行うことが、表面の鏡面化を達成する上で必須の要件である。

例えば、通常、脱炭焼鈍が行われる $800^{\circ}\text{C} \sim 850^{\circ}\text{C}$ の温度域においては、雰囲気ガスの酸化度 ($\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) を 0.15 以下に調整することにより、Fe 系酸化物の生成を抑制することができる。但し、あまりに酸化度を下げると、脱炭速度が遅くなってしまう。この両者を勘案すると、この温度域において雰囲気ガスの酸化度 ($\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) は、0.01～0.15 の範囲が好ましい。

この脱炭焼鈍板に、(Al、Si)N を主インヒビターとして用いる製造法 (例えば、特公昭 62-45285 号公報、参照) においては、窒化処理を施す。この窒化処理の方法は特に限定されるものではなく、アンモニア等の窒化能のある雰囲気ガス中で行う方法等がある。量的には、0.005% 以上、望ましくは、N/酸可溶性 Al の比率が 2/3 以上となる窒化処理をすればよい。

これらの脱炭焼鈍板を、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し、乾燥後コイル状に巻き取る際に、塗布乾燥後

の持ち込み水分を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍雰囲気
が水素を含有する場合は、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) を0.0001
以上0.2以下の雰囲気ガスを吹き込み、また、仕上げ焼鈍雰
囲気が水素を含有しない不活性ガスの場合は、露点を 0°C 以下の不活性
ガスを吹き込むことが、本発明のポイントである。

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤の塗布乾燥後の持ち込み水分
を制御するためには、アルミナのBET値、粒径等とともに、スラ
リーにする際の水温、攪拌時間等を管理すればよい。

焼鈍分離剤として、特願2001-220228号で出願済みの
技術であるが、BET比表面積を制御したアルミナとマグネシアを一
定比率範囲で混合した粉体を用いることは、表面の鏡面化を促進す
るうえで有効な方法である。

また、鋼板との密着性不足が懸念されたり、あるいは、スラリー
状態での沈降に問題が生じるようであれば、必要に応じて、増粘剤
などを添加してもよい。また、鋼中の硫黄成分の純化を促進させる
目的で酸化カルシウム等を加えることも、本技術の効果を損ねるも
のではない。

仕上げ焼鈍で、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0
.2以下の雰囲気ガス、あるいは、露点 ; 0°C 以下の不活性ガスを
吹き込む温度域は、表面酸化層の酸化、還元が実質的に起こる60
 0°C を下限とし、また、二次再結晶がほぼ完了する1100 $^\circ\text{C}$ を上
限とする。少なくとも、この範囲内で雰囲気ガス制御を行えばよい
。

ここで、不活性ガスとは、鋼板との反応性に乏しいガスを意味す
るものであり、具体的には、窒素及びAr等の希ガス（周期律表の
0族のガス）を意味するものである。

この積層した脱炭焼鈍板を仕上げ焼鈍して、二次再結晶と窒化物

の純化を行う。二次再結晶を、特開平2-258929号公報に開示されるように、一定の温度で保持するか、または、加熱速度を制御する等の手段により、二次再結晶を所定の温度域で行わせることは、製品の磁束密度(B8)を高めるうえで有効である。

二次再結晶完了後、窒化物等の純化と表面酸化膜の還元を行うために、100%水素で1100℃以上の温度で焼鈍する。この場合、雰囲気ガスの露点は低い方が好ましい。

仕上げ焼鈍後、表面に張力コーティング処理を行い、必要に応じてレーザー照射等の磁区細分化処理を施す。

以下、実施例について説明する。

(実施例1)

質量%で、Si:3.3%、Mn:0.1%、C:0.06%、S:0.007%、酸可溶性Al:0.03%、N:0.008%、Sn:0.05%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを、1150℃で加熱した後、熱間圧延して板厚2.3mmの熱延板とした。この珪素鋼熱延板を、1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。

この冷延板を、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$);0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度40℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍して脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.025%に増加して、インヒビターの強化を行った。

これらの鋼板に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し、乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は0.3%であった。

仕上げ焼鈍は、以下(1)~(5)の各条件の窒素-水素混合ガ

ス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて、20時間焼鈍を行った。

(1) 酸化度0.061の雰囲気ガス(室温-1200℃)

(2) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-600℃)

-酸化度0.061の雰囲気ガス(600℃-1200℃)

(3) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-600℃)

-酸化度0.061の雰囲気ガス(600℃-1100℃)-酸化

度0.000014の雰囲気ガス(1100℃-1200℃)

(4) 酸化度0.061の雰囲気ガス(室温-600℃)-酸化

度0.000014の雰囲気ガス(600-1200℃)

(5) 酸化度0.000014の雰囲気ガス(室温-1200℃

)

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表1に示す。

表1

仕上げ焼鈍条件	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
(1)	1.946	0.66	本発明例
(2)	1.940	0.67	本発明例
(3)	1.953	0.64	本発明例
(4)	1.827	-	比較例
(5)	1.788	-	比較例

(実施例2)

実施例1と同じ脱炭板試料に、BET比表面積が23.1m²/gのアルミナと、BET比表面積が2.4m²/gのマグネシアを8:2の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。

水スラリーの作製条件(水温、攪拌時間等)により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後における持ち込み水分量を変えた。

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、酸化度 0.00011 の窒素－水素混合ガス中で、10℃/hr の加熱速度で 1200℃まで加熱し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え、20 時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 2 に示す。

表 2

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.953	0.64	本発明例
1.2	1.949	0.65	本発明例
1.9	1.873	0.93	比較例

(実施例 3)

実施例 2 において、塗布乾燥後の焼鈍分離剤中の水分量を 0.6 %とした試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、酸化度 0.00011 の窒素－水素混合ガス中で、10℃/hr の加熱速度で 1000℃まで加熱し、同一の雰囲気ガス中で、5℃/hr の加熱速度で 1200℃まで昇温し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え、20 時間焼鈍した。

この試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 3 に示す。

表 3

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.962	0.61	本発明例

(実施例 4)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性 Al : 0.03%、N : 0.008%

、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブ、及び、この成分にSn：0.05%及び0.08%添加した珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延して板厚2.3mmの熱延板とした。この珪素鋼熱延板を、1120℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.22mmに冷延した。

この冷延板を、酸化度($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$)；0.1に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度40℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し、脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.026～0.029%に増加して、インヒビターの強化を行った。

これらの鋼板に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は0.3%であった。仕上げ焼鈍は、酸化度0.061の窒素－水素混合ガス中で、1200℃まで昇温し、水素ガスに切り替えて、20時間焼鈍を行った。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表4に示す。

表 4

鋼成分Sn(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0	1.939	0.68	本発明例
0.05	1.946	0.66	本発明例
0.08	1.943	0.66	本発明例

(実施例5)

質量%で、Si：3.1%、C：0.07%、酸可溶性Al：0.028%、N：0.007%、Mn：0.08%、S：0.025%、Cu：0.1%、Sn：0.12%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1350℃に加熱し、板厚

2. 3 mm に熱延した。

この熱延板を、1. 5 mm に冷間圧延し、更に、1120℃で2分間焼鈍を施した後、0. 22 mm に冷間圧延した。この冷延板を酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) : 0. 1 に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度100℃/秒で830℃の温度まで昇温し、2分間焼鈍し、脱炭焼鈍した。

この脱炭板試料に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布し乾燥した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。

仕上げ焼鈍は、酸化度0. 00011の窒素－水素混合ガス中で、10℃/hrの加熱速度で1200℃まで加熱し、酸化度0. 00011の水素ガスに切り替え、20時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表5に示す。

表 5

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.2	1.956	0.66	本発明例
0.8	1.952	0.67	本発明例
1.6	1.834	0.96	比較例

(実施例 6)

実施例 5 と同じ脱炭板試料に、BET比表面積が23. 1 m²/g のアルミナと、BET比表面積が2. 4 m²/g のマグネシアを8 : 2 の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。

水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤の塗布乾燥後における持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。

仕上げ焼鈍は、酸化度 0.00011 の窒素－水素混合ガス中で、 $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で 1200°C まで加熱し、酸化度 0.00011 の水素ガスに切り替え、20 時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 6 に示す。

表 6

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.958	0.64	本発明例
1.2	1.953	0.65	本発明例
1.9	1.773	-	比較例

(実施例 7)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性 Al : 0.03%、N : 0.008%、Sn : 0.05%、残部実質的に Fe 及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを 1150°C で加熱した後、熱間圧延して、板厚 2.3 mm の熱延板とした。この珪素鋼熱延板を、 1120°C で 2 分間焼鈍した後、最終板厚 0.22 mm に冷延した。

この冷延板を、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.1 に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度 $40^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ で 830°C の温度まで昇温し、2 分間焼鈍して、脱炭焼鈍を施した。次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を 0.025% に増加して、インヒビターの強化を行った。

これらの鋼板に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は 0.3% であった。

仕上げ焼鈍は、以下の各条件の窒素ガス中で、 1200°C まで昇温し、水素ガスに切り替えて 20 時間焼鈍を行った。

(1) 露点 -50°C の窒素雰囲気ガス (室温 -1200°C)

(2) 露点 10°C の窒素雰囲気ガス (室温 -600°C)、露点 -50°C の窒素雰囲気ガス ($600^{\circ}\text{C}-1200^{\circ}\text{C}$)

(3) 露点 -50°C の窒素雰囲気ガス (室温 -600°C)、露点 10°C の窒素雰囲気ガス ($600^{\circ}\text{C}-1100^{\circ}\text{C}$)、露点 -50°C の窒素雰囲気ガス ($1100^{\circ}\text{C}-1200^{\circ}\text{C}$)

(4) 露点 10°C の窒素雰囲気ガス (室温 -1200°C)

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表7に示す。

表 7

仕上げ焼鈍条件	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
(1)	1.952	0.65	本発明例
(2)	1.944	0.67	本発明例
(3)	1.813	0.94	比較例
(4)	1.733	-	比較例

(実施例 8)

実施例 7 と同じ脱炭板試料に、BET比表面積が $23.1\text{ m}^2/\text{g}$ のアルミナと、BET比表面積が $2.4\text{ m}^2/\text{g}$ のマグネシアを8:2の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。

水スラリーの作製条件 (水温、攪拌時間等) により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で、塗布乾燥した後における持ち込み水分量を変えた。

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、露点 -50°C の窒素ガス中で、 $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で 1200°C まで加熱し、露点 -60°C (酸化度 0.000011) の水素ガスに切り替え、20時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射

して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 8 に示す。

表 8

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.957	0.62	本発明例
1.2	1.951	0.65	本発明例
1.9	1.823	0.96	比較例

(実施例 9)

実施例 8 において、塗布乾燥後の焼鈍分離剤中の水分量を 0.6 %とした試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、露点 -50℃の窒素 50%-アルゴン 50%の混合ガス中で、10℃/h r の加熱速度で 1000℃まで加熱し、同一の雰囲気ガス中で、5℃/h r の加熱速度で 1200℃まで昇温し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え、20 時間焼鈍した。

この試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 9 に示す。

表 9

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.955	0.64	本発明例

(実施例 10)

質量%で、Si : 3.3%、Mn : 0.1%、C : 0.06%、S : 0.007%、酸可溶性 Al : 0.03%、N : 0.008%、残部実質的に Fe 及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブ、及び、この成分に Sn : 0.05% 及び 0.08% 添加した珪素鋼スラブを 1150℃で加熱した後、熱間圧延して、板厚 2.3 mm の熱延板とした。この珪素鋼熱延板を、1120℃で 2 分間焼鈍した後、最終板厚 0.22 mm に冷延した。

この冷延板を、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) ; 0.1 に調整した窒素と水素の混合ガス中において、昇温速度 $40^\circ\text{C}/\text{秒}$ で 830°C の温度まで昇温し、2 分間焼鈍し、脱炭焼鈍を施した。

次いで、アンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を 0.026 ~ 0.029 % に増加して、インヒビターの強化を行った。

これらの鋼板に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。塗布乾燥後の持ち込み水分量は 0.3 % であった。仕上げ焼鈍は、露点 -50°C の窒素ガス中で、 1200°C まで昇温し、水素ガスに切り替えて、20 時間焼鈍を行った。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 10 に示す。

表 10

鋼成分 Sn (%)	磁束密度 B8 (T)	鉄損 W17/50 (W/kg)	備考
0%	1.942	0.68	本発明例
0.05	1.951	0.65	本発明例
0.08	1.945	0.66	本発明例

(実施例 11)

質量%で、Si : 3.1 %、C : 0.07 %、酸可溶性 Al : 0.028 %、N : 0.007 %、Mn : 0.08 %、S : 0.025 %、Cu : 0.1 %、Sn : 0.12 %、残部実質的に Fe 及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを 1350°C に加熱し、板厚 2.3 mm に熱延した。

この熱延板を、1.5 mm に冷間圧延し、更に、 1120°C で 2 分間焼鈍を施した後、0.22 mm に冷間圧延した。この冷延板を、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O}/\text{PH}_2$) : 0.1 に調整した窒素と水素の混合ガ

ス中において、昇温速度 $100^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ で 830°C の温度まで昇温し、2 分間焼鈍し、脱炭焼鈍を施した。

この脱炭板試料に、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、塗布乾燥後の持ち込み水分量を変えた。これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。

仕上げ焼鈍は、露点 -50°C の窒素ガス中で、 $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で 1200°C まで加熱し、酸化度 0.000011 の水素ガスに切り替え、20 時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表 11 に示す。

表 11

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量 (%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.2	1.962	0.65	本発明例
0.8	1.955	0.67	本発明例
1.6	1.792	-	比較例

(実施例 12)

実施例 11 と同じ脱炭板試料に、BET 比表面積が $23.1\text{ m}^2/\text{g}$ のアルミナと、BET 比表面積が $2.4\text{ m}^2/\text{g}$ のマグネシアを 8 : 2 の比率で配合し、水スラリーとした焼鈍分離剤を塗布した。水スラリーの作製条件（水温、攪拌時間等）により、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後における持ち込み水分量を変えた。

これらの各試料を積層して、仕上げ焼鈍を施した。仕上げ焼鈍は、露点 -50°C の窒素ガス中で、 $10^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の加熱速度で 1200°C まで加熱し、露点 -60°C （酸化度 0.000011 ）の水素

ガスに切り替え、20時間焼鈍した。

これらの試料に張力コーティング処理を施した後、レーザー照射して、磁区を細分化した。得られた製品の磁気特性を表12に示す。

表 1 2

塗布乾燥後の焼鈍分離剤 中の持ち込み水分量(%)	磁束密度 B8(T)	鉄損 W17/50(W/kg)	備考
0.6	1.960	0.63	本発明例
1.2	1.952	0.65	本発明例
1.9	1.731	-	比較例

〔産業上の利用可能性〕

本発明により、二次再結晶の安定化と表面の鏡面化が安定的に達成させることができる。製品の表面を効果的に仕上げることで、従来製品よりも低い鉄損の方向性電磁鋼板を製造することができる。

請 求 の 範 囲

1. 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8%、C : 0.003 ~ 0.1%、酸可溶性Al : 0.012 ~ 0.05%、N : 0.01%以下、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分、及び、仕上げ焼鈍中の水蒸気分圧を制御することにより二次再結晶を安定化させることを特徴とする磁束密度の高い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

2. 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8%、C : 0.003 ~ 0.1%、酸可溶性Al : 0.012 ~ 0.05%、N : 0.01%以下、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1280℃以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度 ($\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

3. 質量%で、Si : 0.8~4.8%、C : 0.003~0.1%、酸可溶性Al : 0.012~0.05%、N : 0.01%以下、Mn : 0.03~0.15%、S : 0.01~0.05%、残部実質的にFe及び不可避免的不純物からなる珪素鋼スラブを1320℃以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で酸化度 ($\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

4. 前記仕上げ焼鈍中の600~1100℃の温度域において、酸化度 ($\text{PH}_2\text{O} / \text{PH}_2$) ; 0.0001以上、0.2以下の雰囲気ガスを吹き込むことを特徴とする請求の範囲2または3に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

5. 鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03~0.15%添加することを特徴とする請求の範囲2、3または4に

記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

6. 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8 %、C : 0.003 ~ 0.1 %、酸可溶性 Al : 0.012 ~ 0.05 %、N : 0.01 % 以下、残部実質的に Fe 及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを 1280 °C 以下の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍を Fe 系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後に増窒素処理を行い、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を 1.5 % 以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点 0 °C 以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

7. 質量%で、Si : 0.8 ~ 4.8 %、C : 0.003 ~ 0.1 %、酸可溶性 Al : 0.012 ~ 0.05 %、N : 0.01 % 以下、Mn : 0.03 ~ 0.15 %、S : 0.01 ~ 0.05 %、残部実質的に Fe 及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを 1320 °C 以上の温度で加熱した後、熱間圧延により熱延板となし、そのままあるいは熱延板焼鈍後、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで、脱炭焼鈍を Fe 系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行い、鋼板表面にシリカを主成分とする酸化層を形成させた後、アルミナを主成分とする焼鈍分離剤をスラリー状で塗布することにより仕上げ焼鈍後の表面を鏡面状にする鏡面方向性珪素鋼板の製造方法において、

アルミナを主成分とする焼鈍分離剤を水スラリー状で塗布乾燥した後の持ち込み水分量を1.5%以下とするとともに、仕上げ焼鈍で雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

8. 前記仕上げ焼鈍中の600～1100℃の温度域において雰囲気ガスとして露点0℃以下の不活性ガスを吹き込むことを特徴とする請求の範囲6または7に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

9. 前記鋼中元素として、SnまたはSbを、質量%で、0.03～0.15%含有することを特徴とする請求の範囲6、7または8に記載の鉄損特性の良い鏡面方向性珪素鋼板の製造方法。

Fig.1

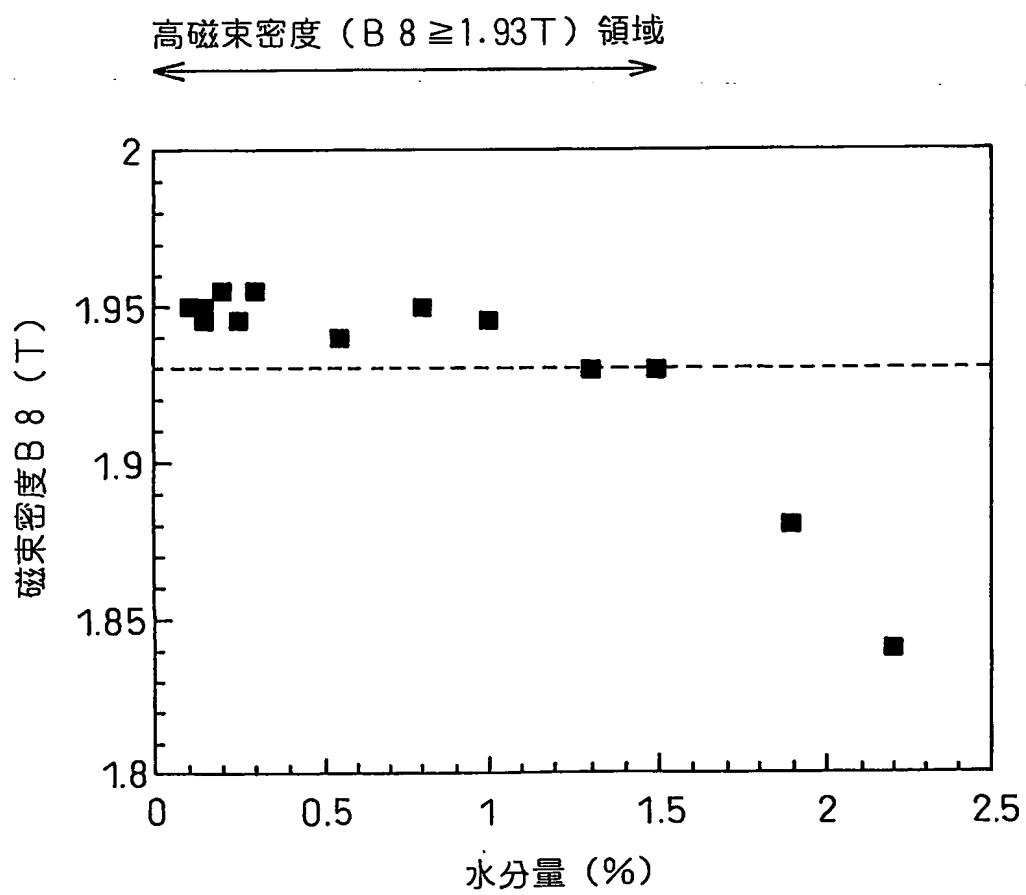


Fig.2

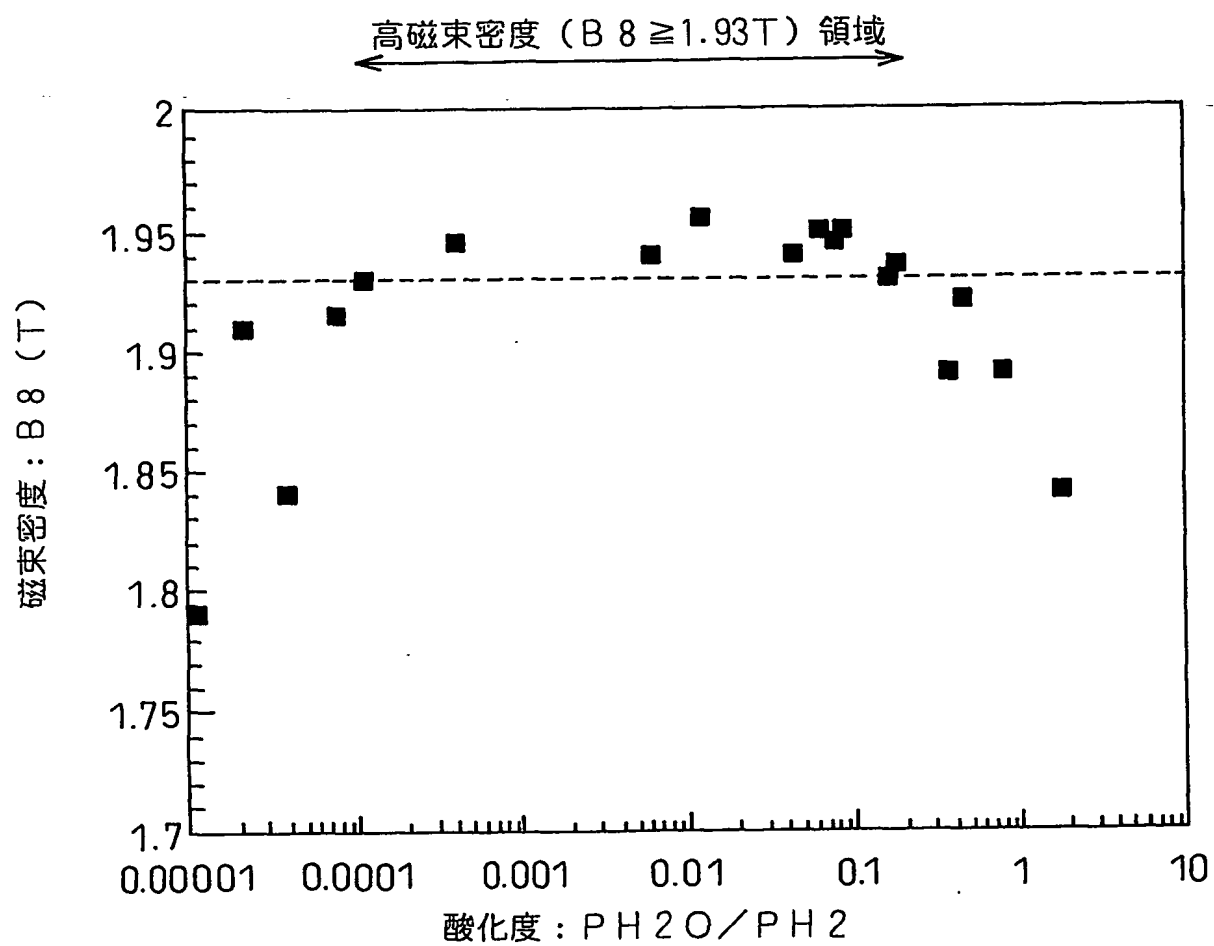


Fig.3

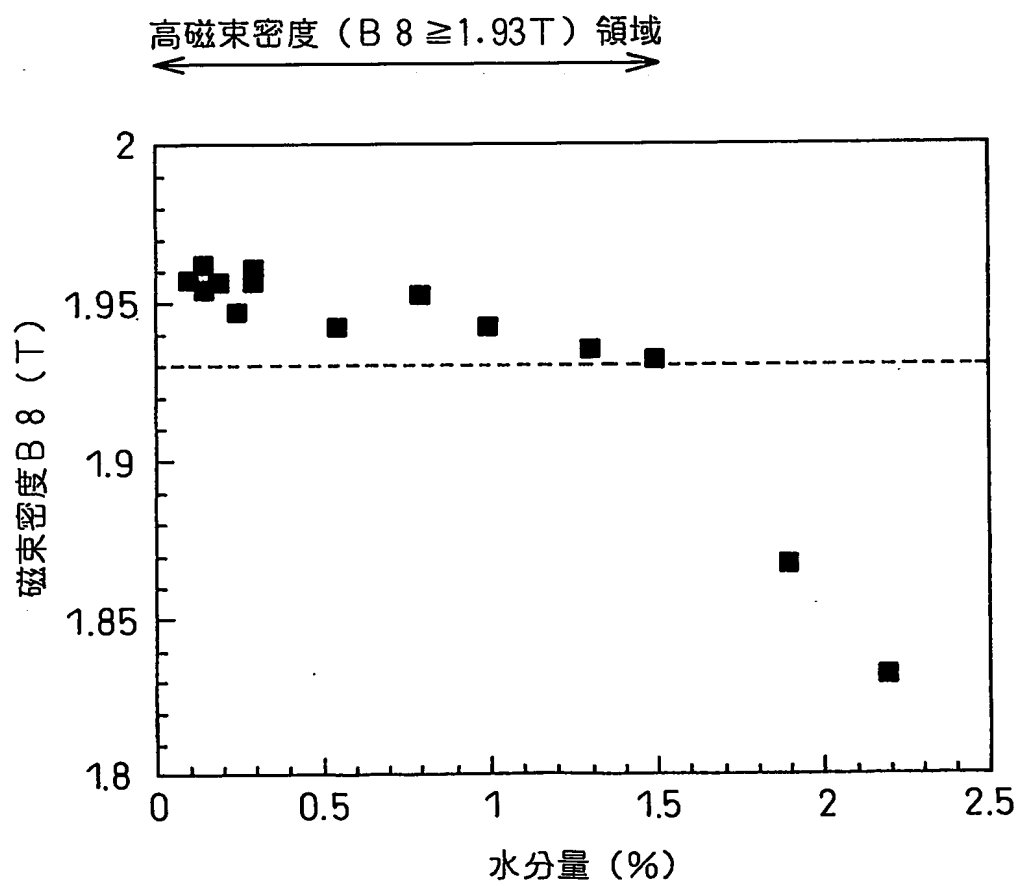
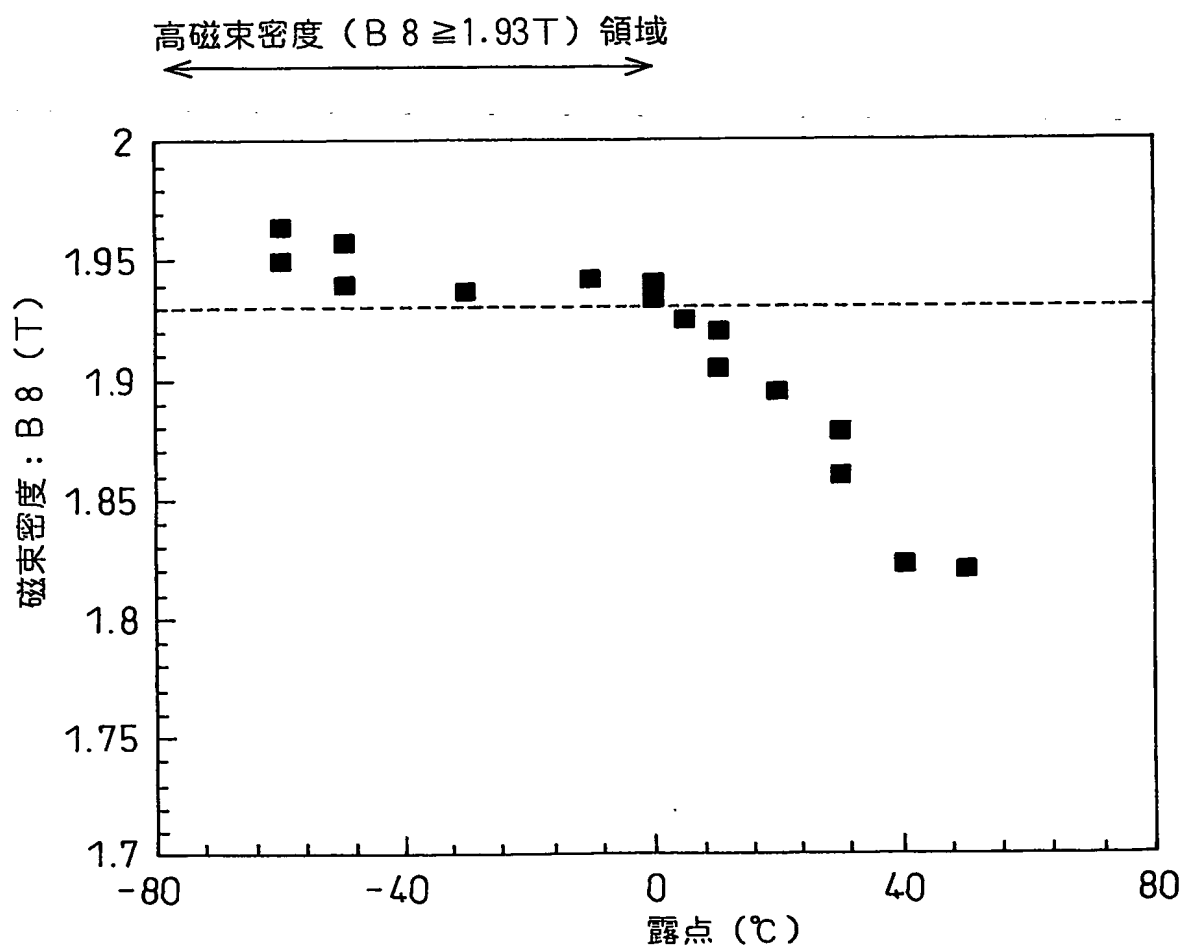


Fig.4



A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C21D8/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C21D8/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JOIS

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-256848 A (Nippon Steel Corp.), 13 September, 1994 (13.09.94), Claims; Par. No. [0020] (Family: none)	1-9
P, A	JP 2002-212623 A (Nippon Steel Corp.), 31 July, 2002 (31.07.02), Claims (Family: none)	6, 9
A	JP 9-78253 A (Nippon Steel Corp.), 25 March, 1997 (25.03.97), Claims (Family: none)	1

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
08 April, 2003 (08.04.03)Date of mailing of the international search report
22 April, 2003 (22.04.03)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Shigeru SUZUKI et al., "Fe-3% Si Gokin no Saikessho Kyodo ni Taisuru Sn Tenka Koka", Current Advances in Materials and Processes, September, 1999, Vol.12, No.6, page 1273	5, 9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C21D 8/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C21D 8/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JOIS

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 6-256848 A (新日本製鐵株式会社), 1994. 09. 13, 特許請求の範囲, 【0020】 (ファミリーなし)	1-9
PA	J P 2002-212623 A (新日本製鐵株式会社), 2002. 07. 31, 特許請求の範囲, (ファミリーなし)	6, 9
A	J P 9-78253 A (新日本製鐵株式会社), 1997. 03. 25, 特許請求の範囲, (ファミリーなし)	1
A	鈴木茂ら、Fe-3%Si合金の再結晶挙動に対するSn添加効果、材料とプロセス、9月、1999, Vol. 12, No. 6, p. 1273	5, 9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08.04.03

国際調査報告の発送日

22.04.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小柳 健悟



4K

8417

電話番号 03-3581-1101 内線 3435